

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 11-108813  
 (43) Date of publication of application : 23.04.1999

(51) Int.Cl.

G01N 1/28  
 G01N 23/04  
 H01J 37/31

(21) Application number : 09-270800  
 (22) Date of filing : 03.10.1997

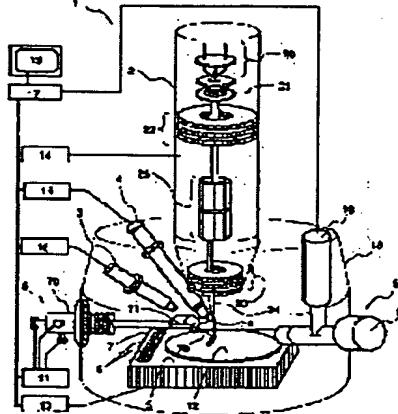
(71) Applicant : HITACHI LTD  
 (72) Inventor : UMEMURA KAORU  
 SUGA MITSUO

## (54) METHOD AND DEVICE FOR PREPARING SAMPLE

### (57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To permit the preparation of a sample including a desired area without subdividing a wafer by irradiating the surface of a sample substrate with a focusing ion beam at a predetermined range of angles, fixing a detected wedge shaped sample piece containing an area to be analyzed to a sample holder.

**SOLUTION:** In a focusing ion beam(FIB) irradiating optical system 2, ion beams emitted from a liquid metal ion source 20 are passed through an ion beam regulating aperture 21, a focusing lens 22, etc., to form a FIB 24. The surface of a sample substrate 12 is scanned by the FIB 24 through the use of a polariscope 25 to perform submicron-level processing on the sample substrate 12. A secondary particle detector 3 detects secondary electrons, etc., which occur at the time of the irradiation of the FIB 24 and forms their images for the observation of the processed area. A supporting means 7 on which a sample holder 6 is mounted can be attached to and detached from a sample stage 5, and the sample stage 5 can control the movements, tilt, and rotation of the supporting means 7 in three dimensional directions (S, Y, and Z). A transferring means 8 is composed of a coarse movement part 70 with fast transfer speed and large strokes and a fine movement part 71 with high movement resolution.



### LEGAL STATUS

- [Date of request for examination]
- [Date of sending the examiner's decision of rejection]
- [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
- [Date of final disposal for application]
- [Patent number]
- [Date of registration]
- [Number of appeal against examiner's decision of rejection]
- [Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
- [Date of extinction of right]

TEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-108813

(43)公開日 平成11年(1999)4月23日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
G 0 1 N 1/28  
23/04  
H 0 1 J 37/31

識別記号

F I  
G 0 1 N 1/28  
23/04  
H 0 1 J 37/31  
G 0 1 N 1/28

G  
W  
F

審査請求 未請求 請求項の数 8 OL (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平9-270800

(22)出願日 平成9年(1997)10月3日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 梅村 肇  
東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地  
株式会社日立製作所中央研究所内

(72)発明者 須賀 三雄  
東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地  
株式会社日立製作所中央研究所内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

(54)【発明の名称】 試料作製方法および装置

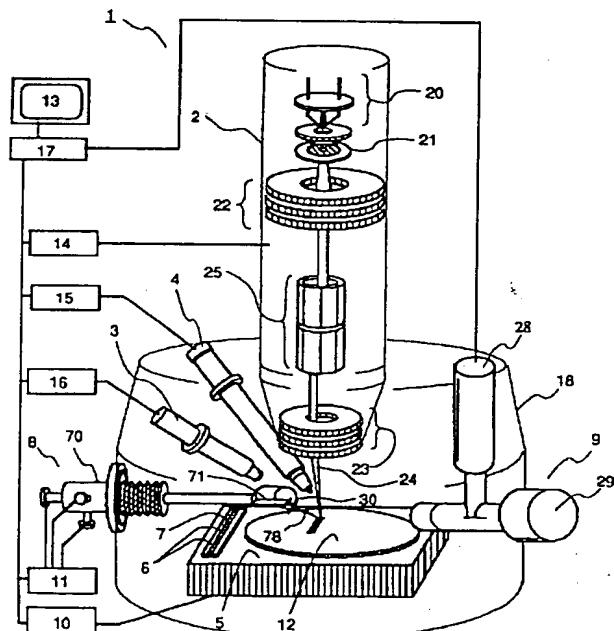
(57)【要約】

【課題】ウエハから所望の特定領域を含む試料片のみを摘出して、分析装置の試料ステージに、経験や熟練や時間のかかる手作業の試料作り工程を経ることなく、搭載する試料作製方法およびその装置を提供すること。

【解決手段】微小試料12に加工するFIB照射手段2と、薄膜部の厚みを測定するためのレーザ照射手段9と、摘出した試料片を移動させる移送手段8とを用いる。

【効果】ウエハ内の所望箇所をウエハを細分化することなく所望領域を含む試料を作製でき、特に、反射電子や試料を透過して広角度に散乱した電子が近くにある厚膜部の側壁に当たって発生する不要なX線を減少差せることができ、FIB加工でウォール化した領域のほとんど全ての部分で高精度のEDX分析を可能にする。

図1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】ウエハなどの試料基板の表面に対して略平行な面を分析するための試料作製方法であって、試料基板表面に対して $0^{\circ}$ 以上 $20^{\circ}$ 以下の角度で上記試料基板に集束イオンビームを照射する工程と、所望の分析または観察する領域を含み上記試料基板表面を一辺とする三角形断面のクサビ形状の試料片を摘出する工程と、上記摘出した試料片を試料ホルダに固定する工程とを含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項2】請求項1記載の試料作製方法において、さらに、所望の分析または観察する領域を集束イオンビーム照射によって薄膜化する工程を含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項3】請求項1記載の試料作製方法において、さらに、上記試料ホルダに固定した試料片を集束イオンビーム光学軸に垂直な軸に対して回転補正を加えた後、所望の分析または観察する領域を集束イオンビーム照射によって薄膜化する工程を含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項4】請求項3記載の試料作製方法において、特に、上記薄膜化する工程が、上記薄膜化すべき領域にレーザ照射して透過したレーザ強度をモニタしつつ上記集束イオンビームを照射する手順を含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項5】請求項1から4のいずれかに記載の試料作製方法において、特に、上記摘出した試料片が走査型電子顕微鏡観察、透過型電子顕微鏡観察、もしくは、エネルギー分散X線分析を行なうための試料片であることを特徴とする試料作製方法。

【請求項6】イオン源から引出したイオンビームを試料に照射する集束イオンビーム照射光学系と、上記集束イオンビームの照射によって試料から発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、上記試料を載置する試料ステージと、上記イオンビームの照射によって上記試料の一部を分離して得られた摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段と、上記試料ホルダを保持する保持手段と、上記摘出試料にレーザを照射するレーザ照射手段と、上記摘出試料を通過したレーザの強度を検出するレーザ検出器とを少なくとも備えたことを特徴とする試料作製装置。

【請求項7】請求項6記載の試料作製装置において、特に、上記移送手段が、上記集束イオンビーム照射光学系の軸に対して、同じ方向(2方向)と垂直方向(X,Y方向)さらに、上記集束イオンビーム照射光学系の軸と直交する軸に対して回転方向の微動機能を有することを特徴とする試料作製装置。

【請求項8】請求項6記載の試料作製装置において、さらに、上記レーザ検出器で得た信号を処理するとともに上記集束イオンビーム照射光学系を動作させる信号を発信する計算処理装置を有し、上記計算処理装置は、上記

レーザ検出装置からの信号を基に、上記試料の厚さが予め定めた厚さに達するように集束イオンビームの照射を制御することを特徴とする試料作製装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子顕微鏡観察用試料（以下、TEM試料と略記）を作製する方法および装置に関わり、特に集束イオンビームを用いた加工（以下、FIB加工と略記）を使って、エネルギー分散形X線分析（以下、EDX分析と略記）が高精度に行える試料を試料をウエハから摘出して作製する方法および装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来のFIB加工によるTEM試料作製の典型的な方法は、特開平5-180739号公報（公知例1）に開示されている。まず、その方法を説明する。

【0003】まず、図2(a)のように、観察を必要とする箇所が凸部40の上部に残るようにしてTEMステージに装着できる大きさの試料41を劈開やダイシングソーなどを利用して切り出す。次に図2(b)のように、観察を必要とする箇所の両側をFIB42加工によって削り取り、TEM観察の可能な厚さ（～0.1ミクロン）の薄膜4-3（以下、ウォール部という）を残して試料作製は完成する。TEM観察では、図2(c)のように、ウォール部43に垂直方向に電子線44を透過させる。なお、図2(b)には試料の典型的寸法を記した。また、本方法ではウォール43面は元の試料基板（例えば、ウエハ）表面に対して垂直関係ある。このように作製された試料はTEM観察用の試料として用いられる。

【0004】EDX分析は、電子線（またはイオン線、X線）を試料に照射することによって励起されたX線のエネルギーをSi検出器で検出して解析する方法で、SEMやTEMに適用することで、局所領域の元素同定ができる分析方法である。詳細については、例えば、”電子・イオンビームハンドブック（第2版）”日本学術振興会第132委員会編、日刊工業新聞社、P.634からP.637（1988年）（公知例2）に記載されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来の試料作製方法や試料作製装置で、特に、EDX分析のための試料片を作製しようとすると以下のような問題点がある。

## 【0006】(1) 試料形状の問題

図3（図2(c)におけるA断面図に対応）のように、従来の技術で作製した試料41の形状は、FIB加工したウォール部43と、厚膜部45、FIB加工せずに残っている部分46の膜厚の変化が急峻になっている。TEM観察の場合、この試料41のウォール部43のすべての領域で良好な結果を得ることができるが、EDXによる元素分析を行なった場合には、測定場所によって誤った結果になることがある。特に、FIB加工せずに残っている部分4

6の近傍を測定した場合には、この傾向が強くなる。これはEDX分析用の電子線47をウォール部43に照射したときに発生する反射電子48や、ウォール部43を透過して広角度に散乱した散乱電子49が、近くにある厚膜部45の側壁50やFIB加工せずに残っている部分46に当たり、その元素に関連した不用なX線を放出してしまうためである。このため、FIB加工で作製したウォール部43のほとんどの場所で良好なEDX分析ができる試料作製方法および試料作製装置が求められている。

【0007】この問題を解決する一方法として特開平7-318468号公報（公知例3）が開示されている。この方法は、EDX分析のために薄膜化した部分の周辺をダイシングソーやFIB加工により階段状あるいはテーパ状に面取りすることで、散乱電子が試料の厚膜部に当たることがなくなり、分析に不要なX線放出を減少させることができること。

#### 【0008】(2) ウエハ破損の問題

ウエハ検査によって得られた不良領域についてEDX分析する場合、ウエハを劈開やダイシングソーによって分断して、目的とする不良領域を含んだ試料片を作製している。分析領域がミクロンオーダの垂直試料や平面試料をウエハから作製するためには必ずウエハを劈開やダイシングソーによって分断しなければならない。従来の断面試料の作製では、ウエハ内のたった数点の検査箇所に対してウエハを分断して、検査箇所以外は廃棄している。最近ではウエハ径が200mmとなり、さらに300mm、またそれ以上に大口径化する傾向にあるため、付加価値が高いデバイスが数多く搭載されたウエハを数箇所の検査のために切断や劈開で分離して、廃棄処分することは非常に不経済であった。従って、ウエハを切断することなく分析領域のみを摘出して、特定領域の分析試料の作製方法が望まれている。

#### 【0009】(3) 平面試料の問題

上記従来技術（図2）で示したFIBを用いた試料作製方法では、試料表面（ウエハ面）に垂直な断面を観察や分析するのに適している。EDX分析したい領域は、上記従来の試料形状で示したウエハ表面に対して垂直方向（以下、断面試料と略記）だけでなく、試料表面に平行な試料（以下、平面試料と略記）のニーズも多い。例えば、ある特定箇所のコンタクトホール底面に残存する不純物の分布をEDX分析によって明らかにしたいというニーズに対しては、従来の試料作製方法では満足できない。上記（2）と関連して、ウエハを割ること無く、しかもウエハの特定領域のみの平面試料の作製方法が望まれている。

【0010】本発明は上述の諸問題に鑑みてなされたもので、本発明の第1の目的は、ウエハ検査で検出した異物や欠陥など所望分析箇所を、ウエハを切断分離せずに正確に位置出して、EDX分析に適した断面試料や平面試料に加工する試料作製方法を提供することにある。ま

た、第2の目的は、上記第1目的を実現する試料作製装置を提供することにある。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】上記第1の目的を達成するためには、ウエハなどの試料基板の表面に対して略平行な面を分析するための試料作製方法であって、試料基板表面に対して0°以上20°以下の角度で上記試料基板に集束イオンビームを照射する工程、所望の分析または観察する領域を含み上記試料基板表面を一辺とする三角形断面のクサビ形状の試料片を摘出する工程と、上記摘出した試料片を試料ホルダに固定する工程とを含む試料作製方法を用いる。

【0012】この方法において、さらに、所望の分析または観察する領域を集束イオンビーム照射によって薄膜化する工程を含む試料作製方法か、または、さらに、上記試料ホルダに固定した試料片をイオンビーム軸に垂直な軸に対して回転補正を加えた後に、所望の分析または観察する領域を集束イオンビーム照射によって薄膜化する工程を含む試料作製方法を用いればよい。

【0013】また、上記薄膜化する工程が、上記薄膜化すべき領域にレーザ照射して透過したレーザ強度をモニタしつつ上記集束イオンビームを照射する手順を含む試料作製方法でもよい。

【0014】上記いずれかに記載した試料作製方法は、上記摘出した試料片が走査型電子顕微鏡観察、透過型電子顕微鏡観察、もしくは、エネルギー分散X線分析を行なうための試料片である場合に効果的に上記第1の目的は達成される。

【0015】また、上記第2の目的は、イオン源から引出したイオンビームを試料に照射する集束イオンビーム照射光学系と、上記集束イオンビームの照射によって試料から発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、上記試料を載置する試料ステージと、上記イオンビームの照射によって上記試料の一部を分離して得られた摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段と、上記試料ホルダを保持する保持手段と、上記摘出試料にレーザを照射するレーザ照射手段と、上記摘出試料を通過したレーザの強度を検出するレーザ強度検出器とを少なくとも備えた試料作製装置で実現できる。

【0016】特に、移送手段は、上記集束イオンビーム照射光学系の軸に対して、同じ方向（Z方向）と垂直方向（X,Y方向）さらに、集束イオンビーム照射光学系の軸と直交する軸に対して回転方向の微動機能を有していればよい。また、上記の試料作製装置において、さらに、上記レーザ強度検出器で得た信号を処理するとともに上記集束イオンビーム照射光学系を動作させる信号を発信する計算処理装置を有し、上記計算処理装置は、上記レーザ強度検出装置からの信号を基に、上記試料の厚さが予め定めた厚さに達するように集束イオンビームの照射を制御する試料作製装置を用いることで上記第2の

目的は達成される。

【0017】

【発明の実施の形態】本発明による試料作製装置の実施形態は、イオン源から引出したイオンビームをウエハなど試料に照射する集束イオンビーム照射光学系と、この集束イオンビームの照射によって試料から発生する二次イオンや二次電子など二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、試料を載置する試料ステージと、集束イオンビームの照射によって試料の一部を分離して得られた摘出試料を試料ホルダに移し替える移送手段と、この試料ホルダを保持する保持手段と、摘出試料にレーザを照射するレーザ照射手段と、上記摘出試料を通過したレーザを検出する検出器とを少なくとも備えて試料作製装置を構成する。

【0018】以下に、その具体的実施形態例を示す。

【0019】<実施形態例1>図1は、本発明による試料作製方法を実現するための試料作製装置の一実施例を示す概略構成図である。

【0020】試料作製装置1は、ウエハなど試料基板12や摘出試料の加工や観察をするFIB照射光学系2、このFIB照射によって試料から放出する二次電子や二次イオンを検出する二次粒子検出器3、FIB照射領域にデポジション膜を形成するための元材料ガスを供給するデボガス源4、試料基板12を載置する試料ステージ5、試料基板12から摘出した試料を試料ホルダに移し替える移送手段8、二次粒子検出器3による像を映す表示手段13、試料ステージ5を設置する試料室18などを少なくとも備えた構成である。

【0021】試料基板12の一部を摘出した微小な摘出試料を固定する試料ホルダ6、試料ホルダを保持する保持手段7（以下、ホルダカセットともいう）、試料ステージ5の位置を制御するためのステージ制御装置10、移送手段8を試料ステージ5と独立に駆動するための移送手段制御装置11、試料ホルダ6や試料基板12や移送手段8などをイオンビーム照射によって発生する2次電子または2次イオンによって映像化する画像表示手段13、FIB照射光学系2のFIB制御装置14なども構成され、この他、デボガス源制御装置15、二次粒子検出制御装置16、移送手段制御装置11などは計算処理装置17により制御される。

【0022】FIB照射光学系2は、液体金属イオン源20から放出したイオンをビーム制限アパチャ21、集束レンズ22、対物レンズ23を通すことで10nm程度から1ミクロン程度のFIB24を形成する。FIB24を偏向器25を用いて試料基板12上を走査することで、走査形状に試料基板12にミクロンからサブミクロンレベルの加工ができる。ここでの加工とは、スパッタリングによる凹部や、FIBアシストデポジションによる凸部、もしくは、これらを組み合わせて試料基板の形状を換える操作を指す。FIB照射によって形成するデポジ

ョン膜は、移送手段8の先端にあるプローブ68と試料基板12を接続したり、摘出試料を試料ホルダ6に固定するために使用する。また、FIB照射時に発生する二次電子や二次イオンを二次粒子検出器3で検出して画像化することで加工領域などを観察することができる。

【0023】試料ステージ5は試料室18に設置され、FIB照射光学系2なども真空中に保持されている。試料ステージ5は、試料ホルダ6を搭載した保持手段（試料ホルダカセット）7が着脱でき、ステージ制御装置10によって、3次元（X,Y,Z）方向の移動及び傾斜、回転が制御できる。

【0024】試料ホルダ6は図4(a)に示すようなナイフエッジ断面をしたシリコン片である。この試料ホルダ6は、シリコンウエハからへき開やダイシングソーを利用して形成した。本実施例で用いた試料ホルダ6の大きさは長さ2.5mm、幅100ミクロン、高さ1mmである。一般に入射電子に対する反射電子の角度依存性は、試料面に垂直入射する場合、入射電子の方向（垂直反射）で一番強く、垂直からずれるに従って反射電子量は少なくなる特性を持っている。このことは、例えば、上記公知例2のP.620に記載されている。また、試料を透過して散乱した電子も同様に入射電子の方向が一番強く、角度が広くなるに従い強度は弱くなる。従って、FIB加工をしたウォール部近傍に残っている膜を極力薄く加工することにより、残っている試料の側壁に入射電子や広角度に散乱した電子が当たる絶対量を減らすことができ、そこから発生する不要なX線が少なく、高精度のEDX分析が可能になる。従って、本実施例では、摘出試料61はナイフエッジ面60に固着させるため、TEM観察やEDX分析の際の電子線通路が阻害されることはない。また、試料ホルダ6はこの寸法や形状に限ることはないが、摘出試料61が突出する側に薄くなっていることが必要である。一方、従来のTEM用の試料ホルダは図4(b)の単孔型や(c)のメッシュ型であり、単孔型は中央に直径1mm程度の単孔63が設けられた直径3mm程度の薄厚金属円板64であるが、本発明による試料作製方法で得られる摘出試料61のように10~20ミクロンと小さいと、摘出試料61を単孔63の側壁に正確に取付けることが非常に難しい。また、メッシュ型では薄肉金属円板66にはメッシュ67が貼られていて摘出試料61の大きさに合わせた間隔のメッシュ67を用いれば取付け位置はある程度任意に選ぶことができるが、観察したい領域が電子線経路がメッシュ67の陰になりTEM観察できなくなる危険性が非常に高かった。また、TEM観察の結果、再度試料の加工が必要になった場合、従来の試料ホルダではFIBの照射方向が薄厚金属円板64、66の面に平行であるため、実行的に無理な位置関係となるが、本実施例ではFIBの通路を阻害する部材がないため、容易に追加工ができる。

【0025】ホルダカセット（保持手段）7は試料ホル

ダ6を保持する治具であり、試料ステージ5に搭載する。試料ステージ5は、ウエハも載置できる汎用の大型ステージや、デバイスチップが搭載できる程度の小型ステージを指す。1個のホルダカセット7に搭載する試料ホルダ6の数は1個でも複数個でも良い。また、試料ステージ5に設置できるホルダカセット7の数は1個でも複数個でも良い。

【0026】なお、集束イオンビーム装置にレーザー顕微鏡を備えた装置については、特開平9-134699号公報

(公知例3)に示されているが、試料基板12の特定領域部分を摘出する移送手段8の存在については一切記載されていない。

【0027】移送手段8は試料基板が大口径のウエハであっても、その任意の箇所から素早くサンプリングすることを実現するために、移動速度が早くストロークが大きい粗動部70と、粗動部の移動分解能と同等のストロークを有して高い移動分解能の微動部71とで構成し、移送手段全体を試料ステージと独立して設置して、サンプリング位置の大きな移動は試料ステージ移動に分担させた。粗動部のXYZ方向の駆動はモータやギヤ、圧電素子などで構成して、数mm程度のストロークで、数ミクロンの移動分解能を有している。微動部はできるだけコンパクトであることや、精密移動することが要求されるためバイモルフ圧電素子を用いてサブミクロンの移動分解能が得ている。図5は移送手段8の粗動部70と微動部71の構成例である。粗動部70は狭窄部72を支点として支柱73が3個のエンコーダ74X、74Y(図示せず)、74ZによってXYZ軸方向に移動できる。粗動部70の駆動系は試料室壁76の横ポートを介して大気側にあり、真空はペローズ75によって遮断されている。バイモルフ圧電素子77の先端には直径50ミクロン程度の細く先鋒化したタングステン製のプローブ78を連結し、粗動部70とは延長棒79によって連結した。バイモルフ圧電素子77に電圧を与えることで、プローブ78先端はほぼ2方向に微動する。このように移送手段8には、構成、サイズ、配置を充分に考慮しなければならず、本発明による試料作製装置ではこれらすべてを解決している。

【0028】この移送手段8は更に回転機構を有し、図6のように延長棒79内にモータ80を内蔵させ、回転軸81とバイモルフ圧電素子77を治具82で連結させている。この構造により、プローブ78の先端は軸83を中心に回転移動させることができる。

【0029】この移送手段8に類似した従来技術として特開平5-52721号公報『試料の分離方法及びこの分離方法で得た分離試料の分析方法』(公知例4)がある。公知例4によれば、分離試料を搬送する移送手段はバイモルフ圧電素子3個をXYZ軸に対応して構成しているが、その移送手段の設置位置は不明で、唯一上記公報の図3からステージ上に設置されていると読み取れる。このよ

うに、搬送手段が試料ステージに設置されていると、対象試料が例えば直径300mmのウエハの中心部にある場合には、搬送手段先端の移動ストロークが、搬送手段位置から試料の所望箇所までの距離に比べて遙かに小さいため、試料ステージに設置された搬送手段では届かないという致命的問題点を有することになる。さらに、この3軸がバイモルフ圧電素子の構成では、バイモルフ圧電素子は一端を支点にして他端がたわむ動きをするため、他端は印加電圧に従って円弧を描く。つまり、XY平面内の移動では1個のバイモルフ圧電素子の動作のみでは搬送手段先端のプローブが1軸方向に直線的に動作しない。従って、3個のバイモルフ圧電素子で微動部を構成してプローブ先端を所望の位置に移動させるためには3個のバイモルフ圧電素子を非常に複雑に制御しなければならないという特性を有している。上述のように、本発明による移送手段8は上記問題を解決している。

【0030】<実施形態例2>次に、上記試料作製装置を用いた本発明による試料作製方法の一実施形態を説明する。ここでは、EDX分析すべき試料片の作製方法について、ウエハ観察から試料片加工まで具体的な説明を行う。また、手順を明確にするために以下にいくつかの工程に分割して、図7および8を用いて説明する。

【0031】(1)外観検査工程:まず、検査すべきウエハの全面もしくはその一部について異常の有無を検査する。検査内容は、光(レーザ)によるウエハ検査装置や電子ビームによる検査SEMなどの外観検査や、プローブ装置による電気回路検査などである。この検査によって異物や欠陥、配線異常など不良箇所の位置を知ることができる。この時、ウエハに予め設置した目印(ウエハマーク)を基準にして上記不良箇所の該当チップ座標と、その該当チップに予め設置したマークを基準にした座標情報として不良箇所を計算処理装置に記憶する。

【0032】(2)試料作製工程:

(ア)大矩形穴加工工程

上記ウエハを試料作製装置に導入して、まず、先の該当デバイスの目印(デバイスマーク)を探し出す。ここで、デバイスマークは試料作製部に設置したレーザ顕微鏡で探す。さらに詳しい探索によって上記不良箇所を探し出すが、この時、FIB照射による二次電子像によって探索すると、試料表面はFIBによってスパッタされるため表面損傷を受け、最悪の場合、所望の解析すべき不良物が無くなってしまうことが生じる。従って、ウエハ検査時のウエハマークとデバイスマークと不良箇所の座標および、試料作製部内のウエハマークとデバイスマーカーの座標をもとに、試料作製装置内の不良箇所の座標を計算により導出した後、不良箇所が確認できるように複数カ所にFIBによってマークをつける。

【0033】本例では図7(a)のように、分析領域91を挟んで約10ミクロン間隔で三角形のマーク92、92'を2個施した。上記2個のマークを結ぶ直線は試料

ステージの傾斜軸と平行になるよう事前に、試料ステージを回転調整しておく。

【0034】上記2個のマーク92、92'を結ぶ直線上で、2個のマークの両側にFIB93で矩形穴94とL字穴95を設けた。開口寸法は例えば矩形穴94の場合10×3ミクロン、深さ15ミクロン程度である。いずれも短時間に完了するために直径0.1ミクロン程度で電流約10nAの大電流FIBで加工した。加工時間はおよそ5から7分であった。矩形穴94とL字穴95とは接続しないようにして、接続しない小さな領域は、後に摘出すべき試料を支える支持部96になる。

#### 【0035】(イ)傾斜溝加工工程

上記(ア)工程の後、試料面を大きく傾斜(本実施例では75°)させる。ここで、上記2個のマーク92、92'を結ぶ直線は試料ステージの傾斜軸に平行に設定している。そこで、図7(b)のように上記マーク80を結ぶ直線より約2ミクロン隔てて、かつ、上記細長垂直溝95とは反対側に、上記矩形穴94とL字穴95を結ぶように、幅約2ミクロン、長さ約32ミクロン、深さ約15ミクロンの溝を形成する。図中の波線はFIB93の走査領域である。試料基板90面に対して斜めから入射したFIB93によって、図(c)のように細長傾斜溝97が形成され、先に形成したL字穴95と交わる。この工程によって支持部96を残して分析領域91を含み、頂角が約15°の直角三角形断面のクサビ型試料片が片持ち梁の状態で保持される。

#### 【0036】(ウ)プローブ固定用デポ工程

次に、図7(d)のように試料ステージを水平に戻し、摘出すべき試料98の支持部96とは反対の端部に移送手段先端のプローブ68を接触させる。接触は試料基板90とプローブ68との通電状態や両者間の容量変化によって感知することができる。また、不注意なプローブ68の押し付けによって、摘出すべき試料98やプローブ68の破損を避けるために、プローブ68が試料基板90に接触した時点で-Z方向駆動を停止させる機能を有している。次に、摘出すべき試料98にプローブ68を固定するために、プローブ先端を含む約2ミクロン平方の領域に、デポジション用ガスを流出させつつFIBを走査させる。このようにしてFIB照射領域にデボ膜99が形成され、プローブ68と摘出すべき試料98とは接続される。

#### 【0037】(エ)摘出試料摘出工程

摘出試料98を試料基板90から摘出するために、支持部96にFIB照射してスパッタ加工する。支持部96は試料面上から見て2ミクロン平方、深さ約10ミクロンであるため2~3分のFIB走査で除去できる。この操作によって摘出試料98は図7(e)のように試料基板90での支持状態から開放される。

#### 【0038】(オ)摘出試料搬送(試料ステージ移動)工程

プローブ68の先端に接続されて摘出した摘出試料98は試料ホルダ6に移動させるが、実際には試料ステージを移動させ、FIB走査領域内に試料ホルダ6を移動させる。このとき、不意の事故を避けるために、プローブを+Z方向に退避させておく。(図7(f))

#### (カ)摘出試料固定工程

FIB走査領域内に試料ホルダ6が入ってくると試料ステージ移動を停止し、プローブを-Z方向に移動させ、試料ホルダ6に接近させる。摘出試料98が試料ホルダ6に接触した時、デボガスを導入しつつ摘出試料98と試料ホルダ6と接触部にFIB93を照射する。この操作によって摘出試料98はデボ膜101によって試料ホルダ6に固定できる。FIB照射領域は2x10ミクロン程度で、デボ膜101の一部は試料ホルダ6のナイフエッジ面60に付着して両者が接続される。この操作の後、デボ用のガスを導入を停止した後、プローブ68と摘出試料98を接続しているデボ膜99にFIB照射してスパッタ除去することで、プローブ68を摘出試料98から分離でき、摘出試料98は試料ホルダ6上に自立する。(図7(g))

次に、図7(h)のように試料ホルダ6を90°回転させて、摘出試料98にレーザ102を照射する。固定された摘出試料98の分析部分を所望の厚さまで薄くするために、試料を通過した透過レーザ103の強度をモニタしながら摘出試料98の底面をFIB93照射する。透過レーザ強度は摘出試料の厚さに依存するため、予め測定していた所望の厚みに対する透過レーザ強度に達した時、FIB照射による薄化作業を停止する。最終的な観察領域を厚さは100nm以下になっている。図8(i)は摘出試料の薄化工程が完了した状態を示している。ここで、摘出試料の一面(図8(i)における摘出試料98の面104)が試料基板における水平面であるため、この面104を基準にすることで試料基板89表面にほぼ水平なウォールを形成している。

【0039】FIB照射によるウォール加工法は、公知例1のように既に知られていて、本加工方法も同じであるが、ウォールが試料基板に平行であること、また、加工中、ウォール厚さをレーザによってモニタしているため適切な厚さに仕上げができる点が従来方法と異なる。

【0040】このような手順で作製した薄膜分析試料98'が固定された試料ホルダ6をTEMステージ110に搭載する。TEMステージ110は支柱111、握り部112、位置決め具113などから構成され、試料ホルダ6は支柱111の切り欠き部115に搭載し試料固定具114で試料ホルダ6を固定する。FIB加工時は紙面に平行に、TEM観察時は紙面方向にビーム照射され、図8(i)はTEM観察やEDX分析時の電子線120の入射方向を示している。

【0041】なお、サイドエントリ型TEMステージ11

0は試料作製装置の試料室に挿入する事ができる場合であれば、摘出した試料を直接、試料ホルダ上に固定することで、上記のように摘出試料を固定した試料ホルダをわざわざサイドエントリ型TEMステージ110に装着するという手作業が無くなる。また、図7(g)から(h)への試料ホルダの回転は非常に容易にできる。

【0042】また、レーザ検出器で検出されるレーザ強度と試料厚さの関係を予め測定しておき、新たな試料に対してレーザ照射しながらFIB加工した時にレーザ強度信号を計算処理装置に転送し、レーザ強度が予め設定した値に達した時に、FIB照射を停止する信号を計算処理装置から発信するようにしておけば、加工厚さを気にしながらFIB照射する必要が無くなる。

### 【0043】(3) 分析工程

ウォール加工後、サイドエントリ型TEMステージ110をTEM試料室に導入する。このとき、電子線経路と、ウォール面が垂直に交わるようにTEMステージを回転させて挿入する。このようにして作製した試料自体が傾斜面に固着しているために電子線照射の際、散乱電子がウォール近傍の側面に当たるために生じる不要なX線の発生量が圧倒的に少ないという利点を有している。その後のTEM観察技術やEDX分析技術についてはよく知られているので、ここでは省略する。

【0044】上記実施形態の説明では平面試料の作製方法を重点的に説明したが、試料基板に対して垂直試料についても同様の操作によって試料作製する事ができる。

[0 0 4 5]

【発明の効果】本発明による試料作製方法および装置を用いることで、ウエハ内の所望箇所をウエハを細分化することなく所望領域を含む試料を作製でき、特に、反射電子や試料を透過して広角度に散乱した電子が近くにある厚膜部の側壁に当たって発生する不要なX線を減少さ

せることができ、FIB加工でウォール化した領域のほとんど全ての部分で高精度のEDX分析を可能にする。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による試料作製装置の一実施形態を示す構成ブロック図である。

【図2】従来技術で(a)はダイシング加工後の試料形状を示す図、(b)はFIB加工後の試料形状を示す図、(c)はTEM観察時の試料と電子線の位置関係を示す図である。

【図3】従来の技術で作製した試料のTEM観察部の詳細を示し、EDX分析に適用した場合に見られる問題点を説明するための図である。図2(c)におけるA部の断面図を示す。

【図4】試料ホルダの外観を示す図であり、特に、(a)は本発明による試料作製装置の一実施形態で用いた試料ホルダで、(b), (c)は従来のTEMホルダ形状を説明する図である。

【図5】本発明による試料作製装置の一実施形態で、特に、移送手段の全体構成を説明するための図である。

【図6】本発明による試料作製装置の一実施形態で、特に、移送手段の回転機構を説明するための図である。

【図7】本発明による試料作製方法における一実施例を示し、特に、EDX分析のための平面試料の作製手順を説明するための図である。

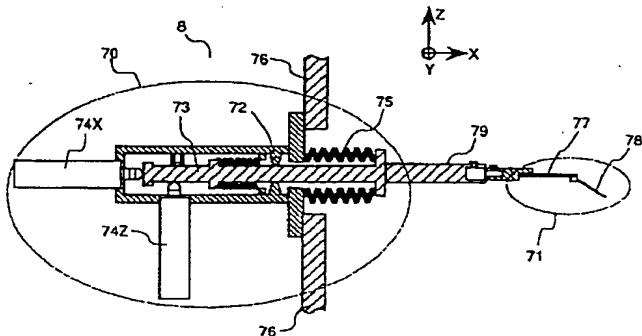
【図8】本発明による試料作製方法における一実施例を示し、特に、EDX分析のための平面試料の作製手順を説明するための図で、図7の続きである。

## 【符号の説明】

1…試料作製装置、2…FIB照射光学系、3…二次粒子検出器、4…デポガス源、5…試料ステージ、6…試料ホルダ、7…保持手段、8…移送手段、9…レーザ照射手段、30…検出器。

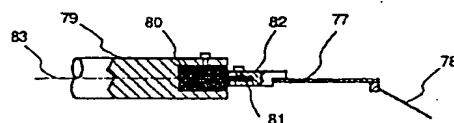
【図5】

5



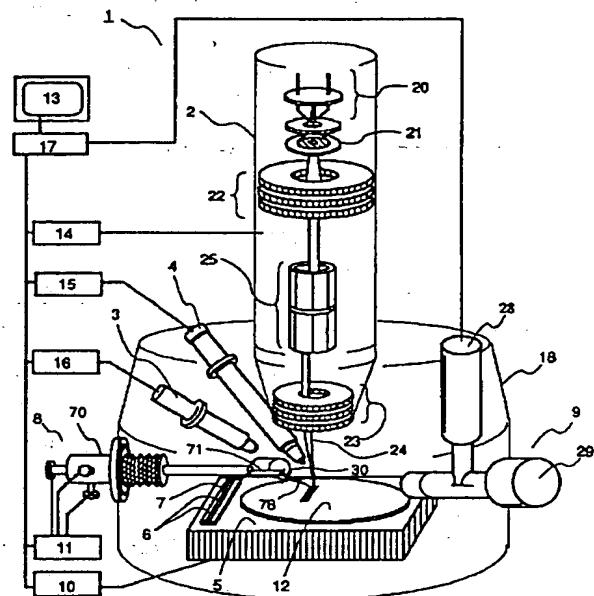
【四六】

6



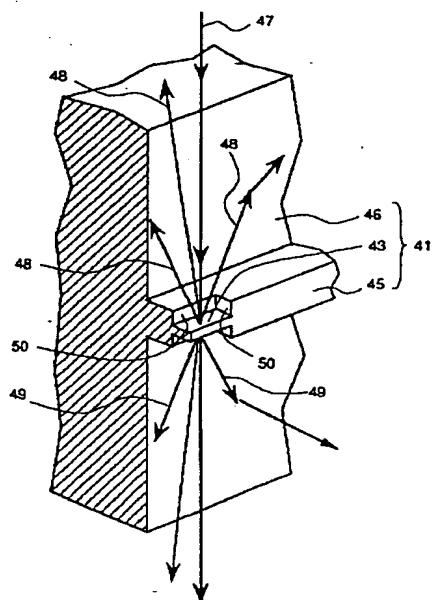
〔図1〕

1



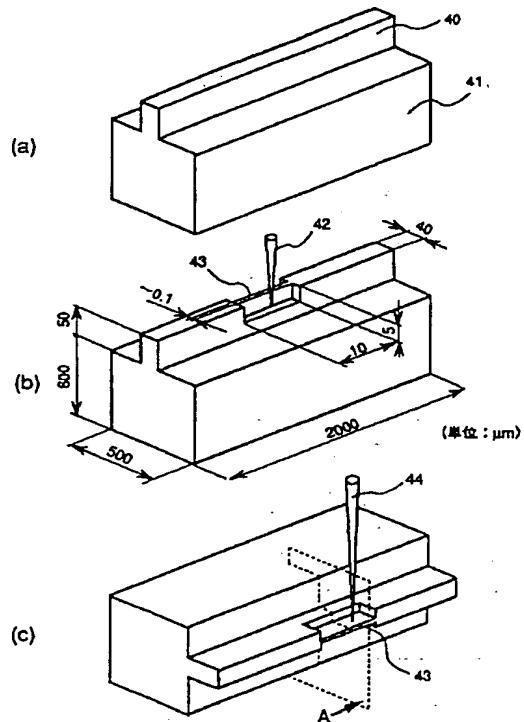
[図3]

图 3



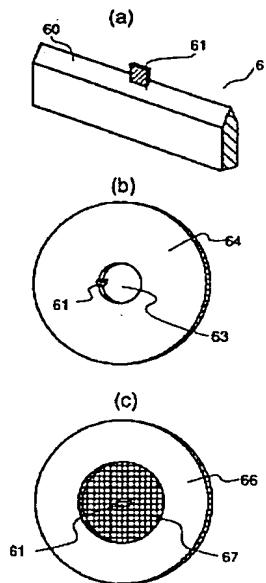
[图2]

2



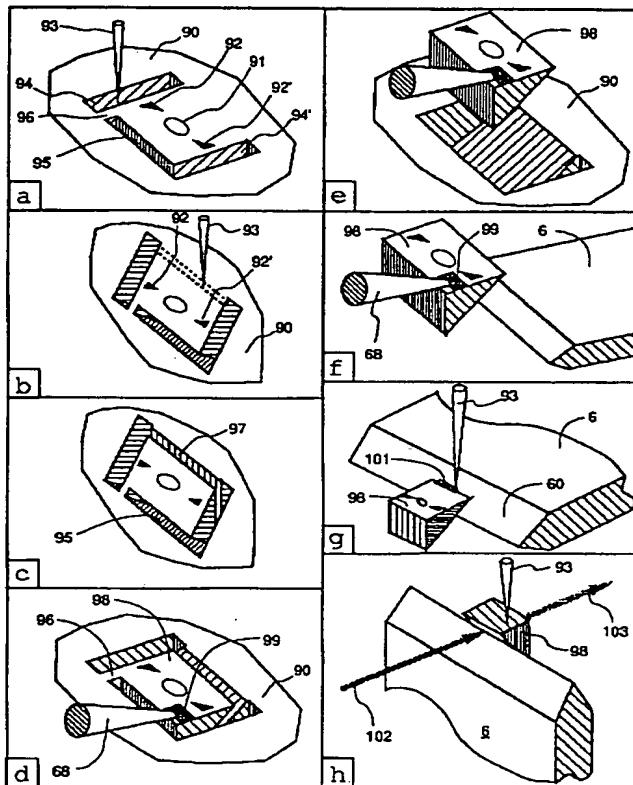
【图4】

図 4



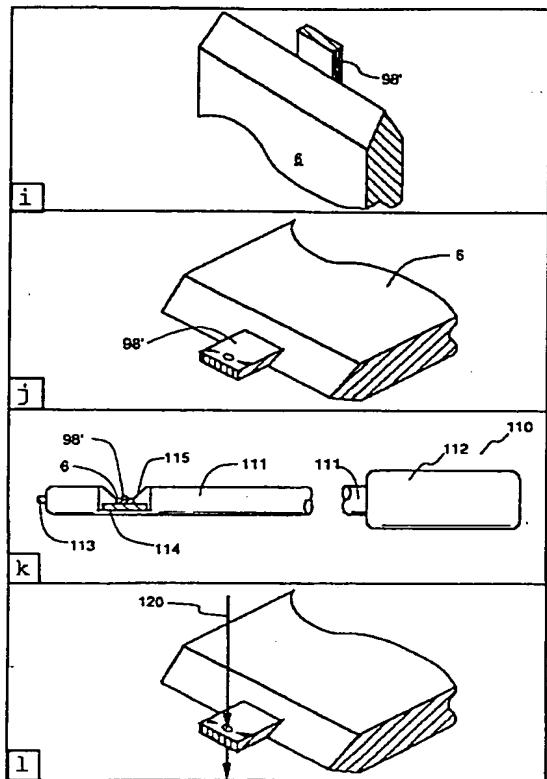
【図7】

図7



【図8】

図8



AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)